



Měřicí protokol

Měření velikostně rozlišené penetrace přes nanovláknenné filtrační materiály
SPUR, a.s.

Zhotovitel: ÚCHP AV ČR, v.v.i., Oddělení chemie a fyziky aerosolů
Ing. Jakub Ondráček, PhD.

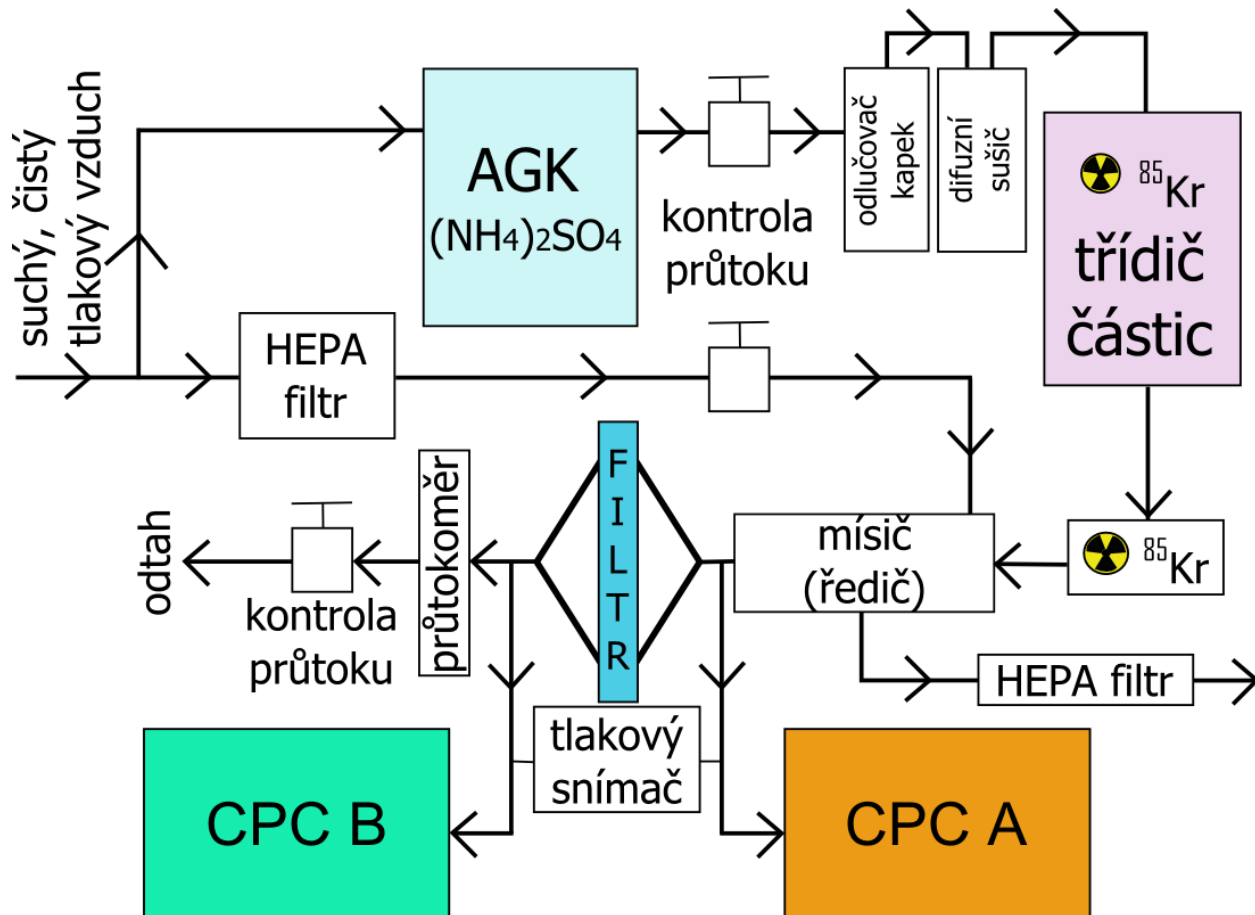
V Praze, dne 1.4. 2020

Účel měření

Na základě požadavku firmy SPUR, a.s byly testovány čtyři nanovláknenné filtrační materiály SPUR. Tyto materiály byly testovány při čelní rychlosti 5,7 cm/s.

Postup měření

Velikostně rozlišená penetrace jednotlivými materiály byla měřena systémem na testování filtrů vyvinutým na ÚCHP. Zjednodušené schéma měřicí aparatury je uvedeno na Obr. 1.



Obr. 1: Schéma měřicí aparatury. Čistý tlakový vzduch vstupuje do generátoru částic AGK s roztokem $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Takto vzniklý polydisperzní aerosol putuje přes odlučovač kapek, sušič a neutralizátor ^{85}Kr do třídiče částic DMA, kde jsou vybrány částice požadované velikosti. Po průchodu DMA je monodisperzní aerosol znovu zneutralizován pro zabránění elektrostatické depozice těchto částic v potrubí před filtrem. Po naředění aerosolu v mísiči byly koncentrace částic měřeny pomocí dvou CPC, jednoho umístěného před a druhého za filtrem tvořeným materiálem (FILTR). Monitorování tlakové ztráty přes filtr umožnilo průběžně sledovat případné změny vlastností filtru.

Měření probíhalo při zvoleném průtoku 4,7 l/min ve standardním držáku filtrů (proměření kruhových vzorků o průměru 47 mm). Objemový průtok odpovídá čelní rychlosti 5,7 cm/s při



volném průřezu vzorku 42 mm. Testovací aerosol byl generován nebulizérem (AGK-2000, Palas) dispergací roztoku soli $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ s koncentrací 1 g/l. Generovaný aerosol byl dále vysušen v difúzním sušiči se silikagelem, poté bylo zajištěno definované rozložení náboje na aerosolových částicích pomocí neutralizátoru obsahujícího ^{85}Kr a takto upravený vzorek byl dále veden do elektrostatického tříděče aerosolových částic (Electrostatic Classifier, EC Goliath, Vývojové dílny ÚCHP, viz dále, v detailním popisu použitých přístrojů). Monodisperzní frakce aerosolu, vybrané v tříděči volbou napětí na vnitřní elektrodě, byly poté v mísiči naředěny tak, aby bylo dosaženo požadovaného průtoku přes testovaný materiál. Koncentrace aerosolových částic o dané velikosti byla pak stanovována současně před a za filtračním materiálem kondenzačními čítači částic (Condensation Particle Counter, CPC, viz. dále v detailním popisu jednotlivých částí).

Pozice čítačů byly pomocí série dvou elektromagnetických ventilů měněny pro každou vybranou velikost částic, aby se předešlo případných chybám v měření daným možnými rozdíly mezi oběma čítači. Případné změny kvality filtru (např. zanášení testovacím aerosolem) během měření byly sledovány měřením tlakové ztráty na filtru.

Testované materiály

Tab. 1 Seznam proměřovaných materiálů a jejich složení

Označení filtru	Složení	Tlaková ztráta při čelní rychlosti 5,7 cm/s [Pa]	Poznámka
1	vs45 bílá - nNT - vs45 modrá	66	PL2223
2	vs55 bílá - nNT - vs30 zelená	50	PL2233 s
3	vs55 bílá - nNT - vs30 zelená	35	PL2233 okr.
4	vs55 bílá - nNT - vs30 zelená	22	

Tab. 2 Tlakové ztráty [Pa] přes testované filtrační materiály při čelní rychlosti 5,7 cm/s

Označení filtru	Čelní rychlost [cm/s]		
	5,7		
	Začátek	Konec	Průměr
1	95,5	101,1	100,4
2	77,9	80,8	78,7
3	44,6	46,4	46,0
4	44,7	48,7	46,7

Před započítáním vlastních měření penetrace byla provedena testovací měření tlakových ztrát přes testované nanovlákněné filtry pro dva zvolené objemové průtoky – 4,7 l/min, odpovídající čelní rychlosti 5,7 cm/s (viz. Tab.2).



Použité přístroje

Generátor částic

Jako zdroj předem známého aerosolu byl použit nebulizér (AGK-2000, Palas), který při použití daného roztoku ($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, koncentrace 1 g/l) a tlaku proudícího vzduchu (2,5 baru) umožňuje produkovat aerosolové částice o velikostech mezi cca 20 nm a cca 400 nm.

Elektrostatický třídič částic

Pro výběr zvolené velikosti částic polydisperzního aerosolu byl použit EC (typ Goliath, Vývojové dílny ÚCHP), skládající se ze silikagelového sušiče, neutralizátoru ^{85}Kr a diferenciálního třídiče pohyblivosti částic v elektrostatickém poli (Differential Mobility Analyzer, DMA, typ Vienna, model Univerzita Stockholm). Vysušený polydisperzní aerosol je zde pomocí ^{85}Kr nabit definovaným způsobem a pak jsou na základě pohyblivosti částic v elektrostatickém poli (DMA) odebírány jednotlivé velikostní frakce aerosolových částic (v závislosti na nastaveném napětí na vnitřní elektrodě je odebrána jedna velikostní frakce).

Před samotným měřením byla pomocí dalšího, referenčního EC (EC 3080, TSI, USA) zkontrolována správnost výběru velikosti částic. Při tomto experimentu se použitý EC Goliath od referenčního EC nelišil o víc, než je velikostní rozlišení každého z přístrojů.

Kondenzační čítač částic

Pro určení početních koncentrací částic v každé velikostní frakci byl použit kondenzační čítač částic (CPC, model 3025A, TSI, USA). Částice jsou v přístroji nejprve zvětšeny kondenzací n-butanolu na jejich povrchu a pak detekovány opticky.

Na začátku testování byl nejprve proveden test nulové koncentrace CPC nasáváním vzduchu přes HEPA filtr, tedy zcela bez referenčního aerosolu, kterým se prokázalo, že aparatura je aerosolo-těsná. Při kolokaci CPC laboratorním vzduchem se ukázalo, že se koncentrace měřené čítači vzájemně neliší o více než 10 %. Abychom přesto maximálně kompenzovali rozdíly v detekční účinnosti jednotlivých čítačů, střídali jsme pomocí elektromagnetických přepínacích ventilů pozice čítačů před a za filtrem pro každou zvolenou velikost částic monodisperzního aerosolu. Tak byly získány výsledky ze dvou různých zapojení aparatur – v jednom bylo CPC A před filtrem a CPC B za filtrem (v dalším textu je toto zapojení označeno jako zapojení 1), ve druhém byly pozice CPC přehozeny (zapojení 2).

Zpracování naměřených dat

Hodnoty koncentrací částic před a za filtrem byly měřené pomocí CPC, Pro každou vybranou velikostní třídu (20, 35, 50, 70, 100, 140, 200, 280 a 400 nm) bylo provedeno několik měření – v závislosti na koncentraci částic za filtrem v obou zapojeních (čím méně částic tím více měření). Z každého takového měření pak byly určeny průměrné koncentrace a směrodatná odchylka. Na



základě těchto údajů byla pro každé měření vypočtena nejprve penetrace (doplňk k filtrační účinnosti) částic daným filtračním materiálem pomocí vzorce:

$$P = \sqrt{\frac{c_{2B} \cdot c_{2A}}{c_{1A} \cdot c_{1B}}}, \quad (1)$$

kde označení 1 odpovídá zapojení daného CPC (A nebo B) před filtrem a označení 2 zapojení za filtrem. Byla vypočtena i chyba měření penetrace na základě vzorce:

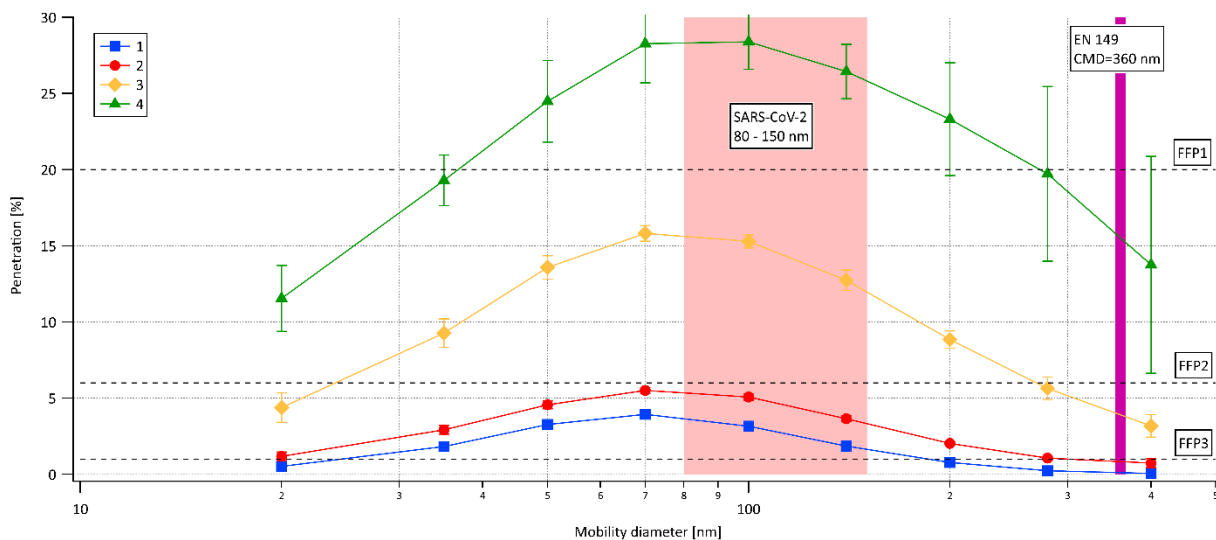
$$\sigma_P = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{c_{2B} \cdot c_{2A}}{c_{1A} \cdot c_{1B}}} \sqrt{\frac{\sigma_{c_{1A}}^2}{c_{1A}^2} + \frac{\sigma_{c_{1B}}^2}{c_{1B}^2} + \frac{\sigma_{c_{2A}}^2}{c_{2A}^2} + \frac{\sigma_{c_{2B}}^2}{c_{2B}^2}}, \quad (2)$$

kde $c_{x,y}$, $x = \{1,2\}$, $y = \{A,B\}$, odpovídá změřeným koncentracím na CPC A či B při zapojení 1 nebo 2, a $\sigma_{x,y}$, $x = \{1,2\}$ a $y = \{A,B\}$, označuje směrodatnou odchylku daných měření.

Pro každou velikostní třídu byla ze všech příslušných měření stanovena průměrná penetrace i chyba jejího odhadu pomocí geometrického průměru.

Výsledky měření

Souhrnné výsledky měření penetrace pro nanovlákněné filtry SPUR pro čelní rychlost 5,7 cm/s jsou uvedeny na Obr.2. Z Tab. 2 je zřejmé, že všechny dodané materiály splňují požadavek ohledně tlakové ztráty < 100 Pa. Z obrázku 2 je patrné, že z hlediska pozice maxima penetrace s ohledem na velikost částic (MPPS), mají všechny materiály velmi podobný tvar penetrační křivky s maximem v rozmezí 70 – 100 nm. Z hlediska filtračních parametrů mají především materiály 1 a 2 při nízké tlakové ztrátě poměrně vysokou účinnost, která splňuje dle normy EN 149 (fialová čára na Obr. 2) i limit pro materiály FFP3. Materiál 3 splňuje dle normy EN 149 (fialová čára na Obr. 2) požadavky pro ochranné prostředky třídy FFP2, materiál 4 má pak nejhorší účinnost, ale má stále poměrně rozumné parametry pro běžné použití. Na porovnání s limity FFP1-FFP3 je v tomto případě nutno nahlížet s vědomím, že standardní testovací norma používá polydisperzní aerosol a i měřicí metodika normy je odlišná a bohužel zatížená množstvím artefaktů, které ve většině případů nadhodnocují účinnost filtračních materiálů testovaných dle normy.



Obr.2 Penetrace přes nanovlákněné filtry SPUR pro čelní rychlost 5,7 cm/s.

Norma EN 149 používá k testování tzv. polydisperzní aerosol (směs částic NaCl pokrývající rozmezí velikostí 20 nm – 2 μm s mediánem velikosti při rozdělení velikostí dle hmoty na 600 nm a při rozdělení velikostí dle počtu na 360 nm). Jak je z obrázku 2 patrné testovací aerosol používaný v normě EN 149 má největší koncentraci částic ve velikosti 360 nm, kde všechny materiály mají již velmi vysokou účinnost v porovnání s velikostí částic, které reálně materiálem nejnáze pronikají - v tomto případě všechny pod 100 nm. Také detekční metoda koncentrace částic je závislá na velikosti částic – t.j. větší částice dávají větší signál a tím pádem při odstranění největších částic filtračním materiálem, který fitruje velké částice (stovky nanometrů až jednotky mikrometrů) s velkou účinností, značně zkresluje výslednou hodnotu průniku částic daným materiálem. Naše laboratoř (Oddělení Chemie a Fyziky Aerosolů, Ústav Chemických Procesů AV



ČR) dávala mnohokrát podnět ke změně této normy k metodice lépe reflektující reálnou situaci při testování filtračních materiálů.

Limity FFP1-FFP3 jsou tedy v Obr. 2 uvedeny tedy spíše jako orientační informace především ve vztahu k prezentované velikostně rozlišené metodě měření, která je nicméně z hlediska výše uvedených skutečností správnější než norma EN 149. Zároveň však na provedený typ měření neexistuje normativní předpis pro rozlišení účinnosti jednotlivých filtračních materiálů.

Závěrem lze konstatovat, že především materiály 1 a 2 se jeví jako velmi kvalitní a to jak s ohledem na dostatečně nízkou tlakovou ztrátu, tak i s ohledem na průnik jednotlivých velikostí částic danými materiály a je možné o nich uvažovat jako o vhodných kandidátech pro výrobu ochranných prostředků. V případě vztažení získaných výsledků k normě EN 149 materiály 1 a 2 splňují požadavky třídy ochranných prostředků FFP3 a materiál 3 pak požadavky třídy ochranných prostředků FFP2. Nicméně je opět potřeba zdůraznit, že u všech ochranných prostředků je následně velmi podstatným parametrem, těsnost roušek/respirátorů na obličeji uživatele. Jakákoliv netěsnost zpravidla změní účinnost daného ochranného prostředku i řádově.

V Praze, dne 1.4.2020

Jakub Ondráček